

390. W. Manthey: Ueber Bromtruxon aus  $\alpha$ -Brom-allozimmtsäure.

[Vorgetragen in der Sitzung von Hrn. C. Liebermann.]

(Eingegangen am 31. Juli.)

Gelegentlich seiner Darstellung von Truxon aus Allozimmtsäure hat C. Liebermann <sup>1)</sup> die Vermuthung ausgesprochen, dass die von Leuckart <sup>2)</sup> vor längerer Zeit durch Behandlung der Glaser'schen  $\beta$ -Bromzimmtsäure ( $\alpha$ -Bromallozimmtsäure) mit kalter, concentrirter Schwefelsäure erhaltene und von Leuckart als  $C_{17}H_{13}Br_2O_2$  formulierte Verbindung nicht diese Formel besitzen, sondern Monobromtruxon,  $(C_9H_5BrO)_x$ , sein möchte. Auf Anregung des Hrn. Prof. Liebermann habe ich nun diese Frage zu entscheiden versucht. Dabei hat sich die Vermuthung Liebermann's in vollem Umfange bestätigt.

Zur Darstellung der Leuckart'schen Verbindung  $C_{17}H_{13}Br_2O_2$  wurde nach dessen Angaben verfahren und auch die erste Reinigung nach derselben Vorschrift durch Ausziehen mit Sodalösung und dann mit Alkohol vorgenommen. Die rückständige Substanz wurde dann aber nicht wie von Leuckart durch Umkrystallisiren aus Phenol, sondern aus Chloroform weiter gereinigt. So wurde sie als weisse, mikrokrySTALLINISCHE Blättchen erhalten, die bei  $275^\circ$  noch nicht schmolzen und die übrigen von Leuckart angegebenen Eigenschaften besaßen:

0.2119 g Subst.: 0.4020 g  $CO_2$ , 0.0520 g  $H_2O$ .

0.1685 g Subst.: 0.1491 g AgBr.

$(C_9H_5BrO)_x$ . Ber. C 51.67, H 2.39, Br 38.36.

Gef. » 51.74, » 2.77, » 37.86.

Diese Zahlen stimmen scharf auf Monobromtruxon, während Leuckart im Durchschnitt von 8 Bestimmungen gefunden hatte:

C 50.01, H 2.73, Br 39.40.

Da die Unterschiede beider Formeln nicht gerade besonders gross sind, so war es nöthig, zum Beweise, dass die in Rede stehende Verbindung Bromtruxon sei, sie in das charakteristische Truxon oder Truxen überzuführen.

Leuckart hat schon selbst die Resubstitution seiner Verbindung versucht und ist mittels Zinkstaub und Eisessig zu einer Substanz gelangt, welche er als  $C_{17}H_{14}O_2$  bezeichnet. Wahrscheinlich ist:

<sup>1)</sup> Diese Berichte 31, 2096.

<sup>2)</sup> Diese Berichte 15, 17.

diese Substanz Dihydrotruxon,  $C_9H_8O$ , auf welches auch die Analysen Leuckart's:

$C_9H_8O$ . Ber. C 81.81, H 6.06,  
Gef. Leuckart = 81.47, 81.79, 81.80, » 5.44, 5.35, 5.45,

leidlich stimmen.

Da mir jedoch die schwächeren Reductionsmittel keine für meinen Zweck brauchbaren Producte gaben, so versuchte ich die Resubstitution und Sauerstoffentziehung gleichzeitig zu bewerkstelligen indem ich die Substanz mit Jodwasserstoffsäure und rothem Phosphor im Rohr 3 Stunden auf  $180^\circ$  erhitze. Nach der Reaction wurde die gebildete Substanz zugleich mit dem rothen Phosphor abfiltrirt von einer leicht löslichen Substanz durch Ausziehen mit Alkohol getrennt, und dann durch siedendes Cumol dem Phosphor entzogen. Beim Erkalten der Cumollösung fielen hellgelbliche Blättchen aus, welche bromfrei waren und sich ganz wie Truxen verhielten. Sie schmolzen noch nicht bei  $330^\circ$ .

Die Analyse zeigte, dass sie auch die Zusammensetzung des Truxens besitzen:

0.1385 g Sbst.: 0.4798 g  $CO_2$ , 0.0760 g  $H_2O$ .

0.1977 g Sbst.: 0.6857 g  $CO_2$ , 0.0939 g  $H_2O$ .

$(C_9H_8)_x$ . Ber. C 94.73, H 5.27.  
Gef. » 94.48, 94.59, » 6.10, 5.28.

Truxen lässt sich am besten identificiren, indem man es nach Liebermann und Bergami<sup>1)</sup> zu Tribenzoylenbenzol oxydirt. Die Oxydation meines Truxens mit Chromsäure und Eisessig lieferte in der That diese Verbindung. Sie wurde in den charakteristischen, gelben, bei  $360^\circ$  noch nicht schmelzenden, nur in Cumol löslichen Nadeln erhalten, die sich in concentrirter Schwefelsäure mit braunrother Farbe lösen.

Hierdurch ist nachgewiesen, dass das bei Behandlung von  $\alpha$ -Bromallozimmsäure mit Schwefelsäure entstehende sodaunlösliche Product von Leuckart thatsächlich Monobromtruxon ist.

Organisches Laboratorium der Techn. Hochschule zu Berlin.

---

<sup>1)</sup> Diese Berichte 23, 318 u. 30, 2143.